

**シメトリド 800mg/g・無水カフェイン 20mg/g 顆粒**  
**Simetride 800mg/g and Anhydrous Caffeine 20mg/g Granules**

**溶出試験** 本品約 0.5g を精密に量り，試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3100)900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL を正確にとり，孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

**シメトリド**

試料溶液(1)及び試料溶液(2)2mL ずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に 20mL とし，試料溶液(3)及び試料溶液(4)とする．別にシメトリド標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，メタノールを加えて正確 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液(3)，試料溶液(4)及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のシメトリドのピーク面積  $A_{T1}$ ， $A_{T2}$  及び  $A_S$  を測定する．

シメトリド( $C_{28}H_{38}N_2O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left( \frac{A_{T1}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{T2}}{A_S} \times \frac{44}{45} \right) \times \frac{1}{C} \times 1800$$

$W_S$  : シメトリド標準品の量(mg)

$W_T$  : シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のシメトリド( $C_{28}H_{38}N_2O_6$ )の表示量(mg)

**試験条件**

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液(4：1)

流量：シメトリドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

**システム適合性**

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，シメトリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，

1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シメトリドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

#### 無水カフェイン

別にカフェイン標準品を 80 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)に溶かし，正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする。試料溶液(1)及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のカフェインのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$ ：カフェイン標準品の量(mg)

$W_T$ ：シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

$C$ ：1g 中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 1000)/アセトニトリル混液(17：3)

流量：カフェインの保持時間が約 4 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，カフェインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カフェインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

#### 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
シメトリド	800mg/g	90 分	70%以上
無水カフェイン	20mg/g	15 分	85%以上